

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 11218685  
PUBLICATION DATE : 10-08-99

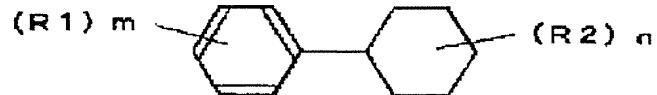
APPLICATION DATE : 09-04-98  
APPLICATION NUMBER : 10097974

APPLICANT : NIKON CORP;

INVENTOR : TAMURA ETSUO;

INT.CL. : G02B 21/00 C08K 5/00 C08L 23/22  
G01N 21/64

TITLE : IMPREGNATING OIL FOR  
MICROSCOPE



ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an impregnating oil suitable for a fluorescent microscope which cause very little generation of fluorescent light by UV excitation and which has good characteristics such as optical characteristics, viscosity, antidrying property, durability and nontoxic property by compounding a specific alicyclic compd. in a liquid polybutene or a liquid copolymer of butylene and other olefin hydrocarbons.

SOLUTION: This oil is prepared by compounding an alicyclic compd. expressed by the formula in a liquid polybutene (liquid polybutylene) or a liquid copolymer of butylene ( $\alpha$ -butylene,  $\beta$ -butylene) and other olefin hydrocarbons (preferably isobutylene). In the formula, R1 and R2 are hydrogen, 1-3C alkyl group or alkoxy group, (m) and (n) are 0 to 3. It is preferable that the liquid polybutene (liquid polybutylene) or a liquid copolymer has 300 to 30,000 cSt kinetic viscosity, and more preferably 500 to 10,000 cSt at 25°C.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-218685

(43)公開日 平成11年(1999)8月10日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>  
G 0 2 B 21/00  
C 0 8 K 5/00  
C 0 8 L 23/22  
G 0 1 N 21/64

識別記号

F I  
C 0 2 B 21/00  
C 0 8 K 5/00  
C 0 8 L 23/22  
G 0 1 N 21/64

E

審査請求 未請求 請求項の数5 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平10-97974

(22)出願日 平成10年(1998)4月9日

(31)優先権主張番号 特願平9-325053

(32)優先日 平9(1997)11月26日

(33)優先権主張国 日本 (J P)

(71)出願人 000004112

株式会社ニコン

東京都千代田区丸の内3丁目2番3号

(72)発明者 元山 いづみ

東京都千代田区丸の内3丁目2番3号 株

式会社ニコン内

(72)発明者 田村 恵都夫

東京都千代田区丸の内3丁目2番3号 株

式会社ニコン内

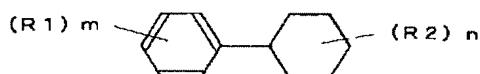
(54)【発明の名称】 顕微鏡用液浸油

(57)【要約】

【課題】 紫外線励起による蛍光発生量がきわめて小さく、しかも光学特性(透明性、屈折率、分散性等)、粘度、不乾性、耐久性、無毒性等の諸項目において良好な特性を持たせることができる顕微鏡用液浸油であり、特に蛍光顕微鏡用の液浸油として好適な液浸油を提供すること。

【解決手段】 液状ポリブテン(液状ポリブチレン)に、下記の化5により示される脂環式化合物を配合してなる顕微鏡用液浸油。

【化5】



R 1 : 水素、炭素数1~3のアルキル基または  
アルコキシル基

R 2 : 水素、炭素数1~3のアルキル基または  
アルコキシル基

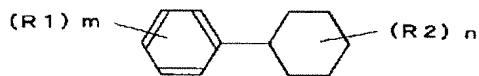
m : 0~3

n : 0~3

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】液状ポリブテン（液状ポリブチレン）に、下記の化1により示される脂環式化合物を配合してなる顕微鏡用液浸油。

## 【化1】



R1：水素、炭素数1～3のアルキル基または  
アルコキシル基

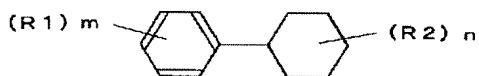
R2：水素、炭素数1～3のアルキル基または  
アルコキシル基

m: 0～3

n: 0～3

【請求項2】ブチレン（ $\alpha$ -ブチレン、 $\beta$ -ブチレン）と他のオレフィン炭化水素との液状共重合体に、下記の化2により示される脂環式化合物を配合してなる顕微鏡用液浸油。

## 【化2】



R1：水素、炭素数1～3のアルキル基または  
アルコキシル基

R2：水素、炭素数1～3のアルキル基または  
アルコキシル基

m: 0～3

n: 0～3

【請求項3】前記オレフィン炭化水素がイソブチレンであることを特徴とする請求項2記載の顕微鏡用液浸油。

【請求項4】前記液状ポリブテン（液状ポリブチレン）または液状共重合体は、25°Cにおける動粘度が300～30000センチストークス（cSt）であることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の顕微鏡用液浸油。

【請求項5】前記動粘度が500～10000センチストークス（cSt）であることを特徴とする請求項4記載の顕微鏡用液浸油。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、透明性、粘度、耐久性等の諸項目において良好な特性を持たせることができる顕微鏡用液浸油に関し、特に蛍光顕微鏡用液浸油として好適な低蛍光性をも併せて有する液浸油に関する。

## 【0002】

【従来の技術】顕微鏡用液浸油は、顕微鏡分野やその類似分野において極めて一般的に用いられている技術である。かかる分野で液浸油がよく使用される理由は、液浸

油を光学系に使用すると、液浸油を使用しない光学系と比較して、実質的に少ない面収差が得られるだけでなく、対物レンズの開口数を大きくして、顕微鏡の倍率を高めることができるからである。

【0003】この顕微鏡用液浸油としては従来から、ツエーデル油とカーギル油が知られている。ツエーデル油は、杉油をトルエンにより溶解させたものであるが、顕微鏡の観察に使用すると、トルエンが時間経過とともに次第に蒸発してしまい、液浸油としての光学性能が保持できなくなるばかりか、杉油と空気との酸化反応による重合が起こって、固化するという欠点があった。

【0004】また、カーギル油は、その中に多量のポリ塩化ビフェニル（PCB）を含んでいるため、人体に対する毒性を有するという欠点があった。そこで、近年では、前記欠点を有しない顕微鏡用液浸油として、フタル酸ベンジルブチルと塩素化パラフィンとからなる液浸油（米国特許第4,465,621号明細書）や、液状ジエン系重合体と流動パラフィンとからなる液浸油（特公平4-13687号）、さらには液状炭化水素重合体とジフェニルメタン誘導体、ビス（ $\alpha$ -アルキルベンジル）-アルキルベンゼン誘導体または2,4-ジフェニル-4-ジメチルフェニルブタンとからなる液浸油（特公昭55-35053号）が使用されている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、フタル酸ベンジルブチルと塩素化パラフィンとからなる液浸油や、液状ジエン系重合体と流動パラフィンとからなる液浸油、さらには液状炭化水素重合体とジフェニルメタン誘導体、ビス（ $\alpha$ -アルキルベンジル）-アルキルベンゼン誘導体または2,4-ジフェニル-4-ジメチルフェニルブタンとからなる液浸油は、屈折率、アッペ数、解像度など、液浸油としての諸性能を十分満足するものの、紫外線励起により発する蛍光量が大きく、蛍光顕微鏡用の液浸油として使用すると、観察精度が低下するという問題があった。

【0006】蛍光顕微鏡は、紫外線等の励起光を検体に照射し、観察対象（生物の組織や細胞、細菌等）の発する蛍光を観察するものであり、生物学、医療等の分野において利用されている。特に近年は、非常に少量の細菌、細胞等による微弱な蛍光を検出する蛍光顕微鏡の技術が盛んに研究されており、かかる微弱な蛍光を検出する場合に、蛍光顕微鏡の光学系に用いられる液浸油が紫外線励起により発する蛍光量が大きいと、観察（検出）時のノイズとなって、観察（検出）精度が低下するので問題となる。

【0007】本発明はかかる問題に鑑みてなされたものであり、紫外線励起による蛍光発生量がきわめて小さく、しかも光学特性（透明性、屈折率、分散性等）、粘度、不乾性、耐久性、無毒性等の諸項目において良好な特性を持たせることができる顕微鏡用液浸油であり、特

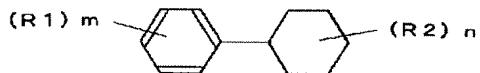
に蛍光顕微鏡用の液浸油として好適な液浸油を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】そのため、本発明は第一に「液状ポリブテン（液状ポリブチレン）に、下記の化3により示される脂環式化合物を配合してなる顕微鏡用液浸油（請求項1）

【0009】

【化3】



R1：水素、炭素数1～3のアルキル基またはアルコキシル基

R2：水素、炭素数1～3のアルキル基またはアルコキシル基

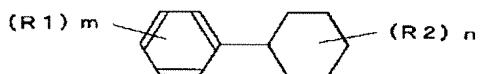
m: 0～3

n: 0～3

【0010】」を提供する。また、本発明は第二に「ブチレン（ $\alpha$ -ブチレン、 $\beta$ -ブチレン）と他のオレフィン炭化水素との液状共重合体に、下記の化4により示される脂環式化合物を配合してなる顕微鏡用液浸油（請求項2）

【0011】

【化4】



R1：水素、炭素数1～3のアルキル基またはアルコキシル基

R2：水素、炭素数1～3のアルキル基またはアルコキシル基

m: 0～3

n: 0～3

【0012】」を提供する。また、本発明は第三に「前記オレフィン炭化水素がイソブチレンであることを特徴とする請求項2記載の顕微鏡用液浸油（請求項3）」を提供する。また、本発明は第四に「前記液状ポリブテン（液状ポリブチレン）または液状共重合体は、25°Cにおける動粘度が300～30000センチストークス（cSt）であることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の顕微鏡用液浸油（請求項4）」を提供する。

【0013】また、本発明は第五に「前記動粘度が50～10000センチストークス（cSt）であることを特徴とする請求項4記載の顕微鏡用液浸油（請求項5）」を提供する。

【0014】

【発明の実施の形態】本発明（請求項1～5）にかかる顕微鏡用液浸油は、液状ポリブテン（液状ポリブチレン）に前記化1等に示される脂環式化合物を配合して構成されているか、或いはブチレン（ $\alpha$ -ブチレン、 $\beta$ -ブチレン）と他のオレフィン炭化水素との液状共重合体に、前記化1に示される脂環式化合物を配合して構成されている。

【0015】そのため、本発明（請求項1～5）にかかる顕微鏡用液浸油は、紫外線励起による蛍光発生量がきわめて小さい。即ち、本発明（請求項1～5）にかかる顕微鏡用液浸油は、非常に少量の細菌、細胞等による微弱な蛍光を検出する蛍光顕微鏡用の液浸油として用いた場合にも、紫外線励起により発する蛍光量がきわめて小さいので、観察（検出）時のノイズにより観察（検出）精度の低下が問題となることがない。

【0016】また、本発明（請求項1～5）にかかる顕微鏡用液浸油は、前記成分によって構成されてなるので、各成分の配合比を調整することにより、光学特性（透明性、屈折率、分散性等）、粘度、不乾性、耐久性、無毒性等の諸項目において良好な特性を持たせることができる。本発明（請求項1～5）にかかる化1等で示される脂環式化合物としては、例えば、フェニルシクロヘキサン、メチルフェニルシクロヘキサン、エチルシクロヘキシルベンゼン等が挙げられる。

【0017】前記脂環式化合物は、これらに限らずその他の構造の化合物を使用しても良いが、屈折率がn d = 1.517以上を満たすものが好ましい。また、前記脂環式化合物は単独で使用してもよいが、2種類以上を任意の割合で組み合わせて使用しても良い。前記化1等で示される脂環式化合物は一つの分子内に、ポリブテン（ポリブチレン）と相溶性の高いシクロヘキシル基と、高い屈折率を与えるフェニル基とが存在するので、屈折率調整剤や界面活性剤などの第三成分である添加剤を配合する必要がない。

【0018】そのため、液浸油自体が単純な構成となり、液浸油を製造する際の屈折率調整が非常に簡単になる。前記脂環式化合物に配合される顕微鏡用液浸油の成分としては、液状ポリブテン（ポリブチレン）だけでなく、ブチレン（ $\alpha$ -ブチレン、 $\beta$ -ブチレン）と他のオレフィン炭化水素との液状共重合体を選択してもよい（請求項2）。また、これらは単独で使用しても、或いは任意の割合で混合して使用しても良い。

【0019】本発明にかかるオレフィン炭化水素としては、例えばイソブチレンが好ましい（請求項3）。本発明にかかる液状ポリブテン（液状ポリブチレン）または液状共重合体は、25°Cにおける動粘度が300～30000センチストークス（cSt）であることが好ましい（請求項4）。

【0020】液状ポリブテン（液状ポリブチレン）または液状共重合体の動粘度（25°C）が300cSt以上

であると、形成される液浸油の粘度が低すぎることがない（粘調である）ので好ましい。また、液状ポリブテン（液状ポリブチレン）または液状共重合体の動粘度（25°C）が30000 cSt以下であると、所望特性の液浸油を得るために成分調整が容易となり、また調整により得られた液浸油に所望の粘度を持たせることも容易となるので好ましい。

【0021】即ち、液状ポリブテン（液状ポリブチレン）または液状共重合体の動粘度（25°C）が高すぎて調製が極めて困難となり、また調整後得られた液浸油がワックス状や固体状になるという問題が発生することがないので好ましい。本発明にかかる液状ポリブテン（液状ポリブチレン）または液状共重合体の動粘度（25°C）は、特に好適な粘度の液浸油が得られるように、500~10000 cStとすることがより好ましい（請求項5）。

【0022】本発明の液浸油にかかる光学特性のうち、光の分散性はアッペ数によりその良否が示され、その値（ $\nu d$ ）は40~58の範囲が適当であるが、特にJISにて設定されている $\nu d = 43 \pm 3$ の範囲内が最適である。また、前記光学特性のうち、液浸油の屈折率は、顕微鏡対物レンズの屈折率と同一に、或いは近似するようにはすればよい。

【0023】顕微鏡の対物レンズは一般に、屈折率が $n d = 1.5 \sim 1.6$ のものが用いられるが、その中でも $n d = 1.515$ のものが最も多く用いられている。従って、顕微鏡用液浸油の屈折率は、JISにも規定されているが、 $n d = 1.515 \pm 0.001$ が目標となる。なお、液浸油のアッペ数は、液状ポリブテン（液状ポリブチレン）または液状共重合体の含有量を変化させることにより、また液浸油の屈折率は、化1等に示される脂環式化合物の種類や配合比を変化させることにより、それぞれ調整することができる。

【0024】本発明の顕微鏡用液浸油は、従来の顕微鏡用液浸油と比較して、人体に対する毒性が無く、経時変化がほとんど見られない上、屈折率やアッペ数等の光学特性の調整が容易である。さらには、非常に小さな自発蛍光量しか示さないため、蛍光顕微鏡用液浸油として最適な液浸油となる。以下、本発明を実施例により更に具体的に説明するが、本発明はこの例に限定されるものではない。

#### 【0025】

【実施例】<実施例>数平均分子量1000（40°Cにおける動粘度が約7000cSt）のポリブテン30vol%と、フェニルシクロヘキサン70vol%をビーカーに採り、大気開放下室温で10分間混合することにより、蛍光顕微鏡用の液浸油を得た。

<比較例1、2>蛍光顕微鏡用の液浸油として市販の低蛍光オイルを2種類選定し、実施例の比較対象とした。

【0026】上記の実施例及び各比較例の液浸油につい

て、下記に記した各評価を行った。その評価結果を表1に示す。光学的特性は、JIS K2101に準拠し、屈折率（ $n d 23$ ）、アッペ数（ $\nu d 23$ ）の測定を行った。JIS K2400より、屈折率は $n d = 1.515 \pm 0.001$ の範囲内のものを良好とした。また、アッペ数は、 $\nu d = 43 \pm 3$ の範囲内のものを良好とした。

【0027】動粘度については、JIS K2283に基づき、25°Cにおける動粘度測定を行い、60~600 cStの範囲内のものを良好（○）とした。不乾性については、JIS C2101電気絶縁油に記載の13項（蒸発試験）の手順に従い、30°Cの雰囲気下に24時間放置する試験を行い、蒸発量1wt%未満のものを良好（○）とした。

【0028】外観については、液浸油自身の濁りの有無を確認し、濁りのないものを良好（○）とした。耐候性については、次に示す光照射試験及び加熱劣化試験の結果が良好であり、かつ当該試験後の屈折率、アッペ数、色相の変化が無いものを良好（○）とした。

【0029】光照射試験は、40gの試料を直径9cmのシャーレに採り、20Wの白色ランプを光源として、試料と白色ランプの間隔を15cmに保った状態で、光を120時間照射した後の屈折率、アッペ数、色相の変化を調査して、いずれも変化が無いものを良好（○）とした。加熱劣化試験は、40gの試料を50mlの共栓付三角フラスコに採り、70°Cに調整した高温槽中に24時間放置した後の屈折率、アッペ数、色相の変化を調査して、いずれにも変化が見られなかったものを良好（○）とした。

【0030】解像力は、屈折率が $n d = 1.5140 \sim 1.5160$ の範囲内のものを良好（○）とした。色収差は、アッペ数が $\nu d = 40 \sim 46$ の範囲内のものを良好とした。透明度は、JIS K0115により、透過率が95%以上を示すものを良好（○）とした。

【0031】また、蛍光顕微鏡では通常の場合、光源として超高圧水銀ランプなどを使用して蛍光を励起させるための紫外線を発する。この場合に用いられる励起光としては、U励起、V励起、B励起、G励起の各励起光があり、各励起光において蛍光の発生量が少ないことが望ましい。実施例及び比較例1、2の各励起光における蛍光強度（相対強度）を表2に示す。

【0032】表1及び表2に示したように、本実施例の液浸油は市販の低蛍光オイルと比べて、蛍光発生において特に優れた性能を有する。即ち、本実施例の顕微鏡用液浸油は、非常に少量の細菌、細胞等による微弱な蛍光を検出する蛍光顕微鏡用の液浸油として用いた場合にも、紫外線の前記各励起により発する蛍光量がきわめて小さいので、観察（検出）時のノイズにより観察（検出）精度の低下が問題となることがない。

【0033】また、本実施例の顕微鏡用液浸油は、光学

特性（透明性、屈折率、分散性、解像力、色収差）、動粘度、不乾性、外観、耐候性、無毒性等の諸項目において良好な特性を有する。

【0034】

【表1】

表 1

	実施例	比較例1	比較例2
屈折率(nd)	1.515	1.515	1.515
アッペ数(νd)	41	41	44
蛍光量	○	×	×
動粘度	○	○	○
不乾性	○	○	○
外観	○	○	○
耐候性	○	×	○
解像力	○	○	○
色収差	○	○	○
透明度	○	○	○

【0035】

【表2】

表 2

	実施例	比較例1	比較例2
U励起	4	43	20
V励起	3	6.1	5.3
白励起	0.4	0.8	0.7
G励起	0.3	0.5	0.5

【0036】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の顕微鏡用液浸油は、紫外線励起による蛍光発生量がきわめて小さく、しかも光学特性（透明性、屈折率、分散性等）、粘度、不乾性、耐久性、無毒性等の諸項目において良好な特性を持たせることができる即ち、本発明の顕微鏡用液浸油は、それ自体の蛍光発生量がきわめて小さく、かつ、屈折率、アッペ数、粘度、解像力などの他の諸特性も良好であり、特に蛍光顕微鏡用液浸油として好適な特性を有する。

以上